

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 59141527  
PUBLICATION DATE : 14-08-84

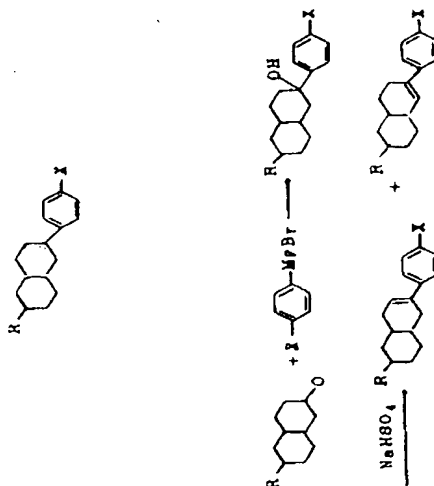
APPLICATION DATE : 01-02-83  
APPLICATION NUMBER : 58015248

APPLICANT : CHISSO CORP;

INVENTOR : NIGORIKAWA KAZUNORI;

INT.CL. : C07C 25/22 C07C 43/192 C09K 3/34  
// G02F 1/13 G09F 9/00

TITLE : PARTIALLY REDUCED NAPHTHALENE  
DERIVATIVE



ABSTRACT : NEW MATERIAL: A 2-substituted-6-(4-halogenophenyl)octahydronaphthalene of the formula (R is H, 1~10C alkyl or alkoxy; X is F or Cl).

EXAMPLE: 2-Propyl-6-(4-fluorophenyl)-1,1a,2,3,4,4a,7,8-octahydronaphthalene.

USE: Useful as one component in liquid crystal compositions, having a relatively high clear point and small optical anisotropic value ( $\Delta n$ ), capable of reducing the driving voltage of liquid crystals, and applicable to display cells.

PREPARATION: As shown in the reaction formulas, a 2-substituted-decalin-6-one is reacted with a 4-halogenophenylmagnesium bromide to give a 2-substituted-6-(4-halogenophenyl)decalin-6-ol, which is then dehydrated in the presence of potassium hydrogensulfate as a catalyst to afford the aimed compound of the formula.

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—141527

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 C 25/22  
43/192  
C 09 K 3/34  
// G 02 F 1/13  
G 09 F 9/00

識別記号  
1 0 2

庁内整理番号  
7248—4H  
7419—4H  
7229—4H  
7448—2H

⑭ 公開 昭和59年(1984) 8 月14日

発明の数 2  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ 部分還元されたナフタリン誘導体

⑯ 特 願 昭58—15248

⑰ 出 願 昭58(1983) 2 月 1 日

⑱ 発 明 者 杉森滋  
藤沢市藤沢2493番地の10

⑲ 発 明 者 小島哲彦  
横浜市金沢区乙舩町10番 3 号

⑳ 発 明 者 磯山豊志郎

横浜市金沢区乙舩町10番 3 号

㉑ 発 明 者 濁川和則

横浜市金沢区乙舩町10番 3 号

㉒ 出 願 人 チッソ株式会社

大阪市北区中之島 3 丁目 6 番32  
号

㉓ 代 理 人 弁理士 佐々井弥太郎 外 1 名

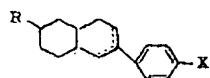
明 細 書

1. 発明の名称

部分還元されたナフタリン誘導体

2. 特許請求の範囲

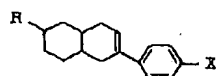
(1) 一般式



(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又はアルコキシ基を示し、X は F 又は OMe を示す)

で表わされる 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)オクタヒドロナフタリン。

(2) 一般式

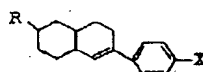


(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又はアルコキシ基を示し、X は F 又は OMe を示す)

で表わされる 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,5,8-オクタヒ

ドロナフタリンである特許請求の範囲第 1 項記載の化合物。

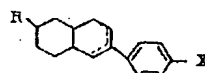
(3) 一般式



(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又はアルコキシ基を示し、X は F 又は OMe を示す)

で表わされる特許請求の範囲第 1 項記載の 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,7,8-オクタヒドロナフタリンである特許請求の範囲第 1 項記載の化合物。

(4) 一般式



(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又はアルコキシ基を示し、X は F 又は OMe を示す)

で表わされる 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)オクタヒドロナフタリンを少なく

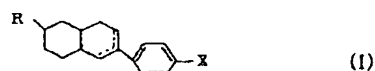
とも一種含有することを特徴とする液晶組成物。

#### 5. 発明の詳細な説明

本発明は正の誘電異方性を有する新規液晶性物質及びそれを含有する液晶組成物に関する。

液晶を使用した表示素子は時計、電卓などに広く使用される様になつて来た。この液晶表示素子は液晶物質の光学異方性及び誘電異方性という性質を利用したものであるが、液晶相にはネマチック液晶相、スメクチック液晶相、コレステリック液晶相があり、そのうちネマチック液晶を利用したものが最も広く実用化されている。更にそれらにはTN（ねじれネマチック）型、DB型（動的散乱型）、ゲスト・ホスト型、DAP型などがあり、それぞれに使用される液晶物質に要求される性質は異なる。しかし、いずれにしても、これら表示素子に使用される液晶物質は自然界のなるべく広い範囲で液晶相を示すものが望ましいが、現在のところ単一物質でその様な条件をみたす様な物質はなく、数種の

液晶物質又は非液晶物質を混合して一応実用に耐える様な物を得ているのが現状である。又、これらの物質は水分、光、熱、空気等に対しても安定でなければならぬのは勿論であり、更に表示素子を駆動させる必要なしきい電圧、飽和電圧がなるべく低いこと、又応答速度を早くするためには粘度が出来るだけ低いことが望ましい。特に最近では低電圧で駆動できる液晶表示素子が要求されてきている。これをみたすためには一般的には誘電異方性の大きな物質を構成成分とすることが有効であるが、本発明の化合物はそれ程誘電異方性が大きくなくても、それを構成成分として加えることにより、液晶の駆動電圧を低下させることができる化合物である。すなわち本発明の化合物は一般式



(上式中 R は水素又は炭素数 1 ~ 10 のアルキル基又はアルコキシ基を示し、X は F 又は Cl のいずれかを示す)

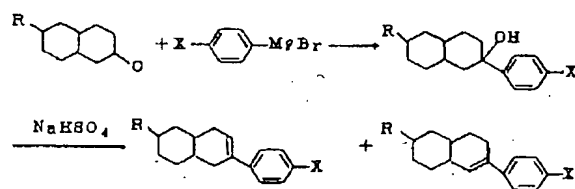
で表わされる 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)オクタヒドロナフタリン及びそれを含有する液晶組成物である。

本発明の化合物は液晶相を示すものと示さないものがあるが、いずれにしてもその融点又は透明点は比較的高く、例えば本発明の化合物の一つである 2-ヘキシル-6-(4-クロロフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,5,8-オクタヒドロナフタリンは 62.7℃ から 93.4℃ でネマチック相を示す化合物であり、これらの化合物を用いて低電圧で駆動できる表示素子ができる。又本発明の化合物の光学異方性値  $\Delta n$  が小さく、その性質を生かした表示用セルへ応用される。

次に本発明の化合物の製造法を示すと、既知の方法で製造した 2-置換-デカリン-6-オンと 4-ハロゲンフェニルマグネシウムブロミドと反応して 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)デカリン-6-オールとする。このものを硫酸水素カリウムを触媒として、脱水反応を行い、2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)

ル)-1,1a,2,3,4,4a,5,8-オクタヒドロナフタリン及び 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,7,8-オクタヒドロナフタリンの混合物を得る。この混合物を再結晶して各成分を得た。

以上を化学式で示すと、



(R, X は前記に同じ)

以下実施例により本発明を更に詳細に説明する。

#### 実施例 1

(2-プロピル-6-(4-フルオロフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,7,8-オクタヒドロナフタリンの製造)

既知の方法で製造した 2-プロピルデカリン-2-オン 4.2g をテトラヒドロフラン 100 ml

にとかしたものに4-フルオロブロモベンゼン45.6gと金属マグネシウム6.3gからつくった4-フルオロフェニルマグネシウムブロミドを窒素雰囲気下30℃に保ちながら滴下する。つぎにこの反応液を2時間還流した後冷却する。3N塩酸200mlをゆつくり加える。つぎに200mlのトルエンで油層を抽出した後、トルエン層を洗液が中性になるまで水洗する。トルエン層を減圧にてトルエンを留去し、残った油状物に濃硫酸水素カリウム7gを加え、窒素雰囲気下150℃、2時間加熱、脱水を行う。反応終了後トルエン200mlを加え、不溶物を分別し、トルエン層を水で洗滌する。中性にした後、トルエン層を減圧にて留去し、残った油状物をアセトン-エタノール1:1の溶媒で数回再結晶する。このようにして得られた化合物のNMRスペクトル及びIRスペクトルから、このものが2-プロピル-6-(4-フルオロフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,5,8-オクタヒドロナフタリンであることが確認された。収量42g, 融点

44.0~44.3℃であつた。

又、母液より2-プロピル-6-(4-フルオロフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,7,8-オクタヒドロナフタリンが得られた。

#### 実施例2, 3

同様にして実施例1における2-プロピルデカリン-2-オンの代りにそれぞれに対応する2-アルキルデカリン-2-オンを、又4-フルオロブロモベンゼンの代りに4-クロロブロモベンゼンを用いてつぎに示す化合物を製造した。

2-プロピル-6-(4-クロロフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,5,8-オクタヒドロナフタリン 融点83.0~83.7℃。

2-ヘキシル-6-(4-クロロフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,5,8-オクタヒドロナフタリン C-N点62.7~63.5℃, N-I点93.4℃。

#### 実施例4(使用例)

トランス-4-プロピル-(4'-シアノフェ

ニル)シクロヘキサン	24g
トランス-4-ベンチル-(4'-シアノフェニル)シクロヘキサン	35g
トランス-4-ヘプチル-(4'-シアノフェニル)シクロヘキサン	25g
トランス-4-ベンチル-(4'-シアノビフェニル)シクロヘキサン	15g

からなる液晶組成物のN-I点は72℃であり20℃における粘度は28cp、厚さ10μmのTNセルに封入したもののしきい値電圧は1.7V、飽和電圧は2.1Vであつた。

この液晶組成物90部に本発明の実施例1で製造した2-プロピル-6-(4-フルオロフェニル)-1,1a,2,3,4,4a,5,8-オクタヒドロナフタリン10部を加えた液晶組成物のN-I点は36.1℃となり、20℃における粘度は51cpとなつたが、上記セルに封入したもののしきい値電圧は1.1V、飽和電圧は1.6Vと低減することができた。

平成 3. 1. 25 発行

手続補正書 (自発)

平成 2 年 1 月 12 日

特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

平 3. 1. 25 発行

昭和 58 年特許願第 15248 号 (特開昭 59-141527 号, 昭和 59 年 8 月 14 日発行 公開特許公報 59-1416 号掲載) については特許法第 17 条の 2 の規定による補正があったので下記のとおり掲載する。 3 ( 2 )

Int. Cl.	識別記号	庁内整理番号
C07C 25/18 17/00 C09K 19/54 G02F 1/13	500	8619-4H 8619-4H E-6761-4H

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和 58 年特許願第 15,248 号

2. 発明の名称

部分還元されたナフタリン誘導体

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

大阪府大阪市北区中之島三丁目 6 番 32 号 (〒530)

(207) ナッソ株式会社

代表者 野木貞雄

4. 代理人

東京都新宿区新宿 2 丁目 8 番 1 号 (〒160)

新宿セブンビル 503 号室

(6601) 弁理士 佐々井 彌太郎

(電話 354-1285)

5. 補正命令の日付

自発補正

特許庁  
2. 1. 16

6. 補正により増加する発明の数

なし

7. 補正の対象

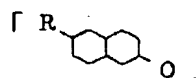
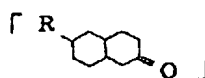
明細書の特許請求の範囲の欄及び発明の詳細な説明の欄

8. 補正の内容

(1) 特許請求の範囲を別紙のとおり補正する。

(2) 明細書第 4 頁、下から 2 行目の「又はアルコキシ基」を削除する。

(3) 明細書第 6 頁、6 行目の化学式

「」を「」に訂正する。

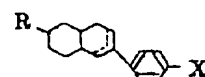
9. 添付書類の目録

別紙 1 通

以上

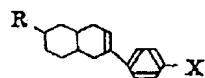
特許請求の範囲 (全文)

(1) 一般式



(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ~ 10 のアルキル基を示し、X は F 又は Cl を示す) で表わされる 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)オクタヒドロナフタリン。

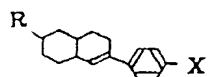
(2) 一般式



(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ~ 10 のアルキル基を示し、X は F 又は Cl を示す) で表わされる 2-置換-6-(4-ハロゲンフェニル)-1, 1a, 2, 3, 4, 4a, 5, 8-オクタヒドロナフタリンである特許請求の範囲第 1 項記載の化合物。

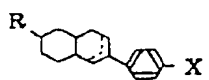
(3) 一般式

平成 3. 1. 25 発行



(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ～ 10 の  
アルキル基を示し、X は F 又は Cl を示す)  
で表わされる特許請求の範囲第 1 項記載の 2  
- 置換 - 6 - ( 4 - ハロゲンフェニル ) - 1 ,  
1a , 2 , 3 , 4 , 4a , 7 , 8 - オクタヒド  
ロナフタリンである特許請求の範囲第 1 項記  
載の化合物。

(4) 一般式



(上式中 R は水素原子又は炭素数 1 ～ 10 の  
アルキル基を示し、X は F 又は Cl を示す)  
で表わされる 2 - 置換 - 6 - ( 4 - ハロゲン  
フェニル ) オクタヒドロナフタリンを少なく  
とも一種含有することを特徴とする液晶組成  
物。

以 上